

GLASS SUBSTRATE METHOD FOR MANUFACTURING SAME AND INFORMATION RECORDER USING IT**Publication number:** JP2001316133**Publication date:** 2001-11-13**Inventor:** MITANI KAZUISHI; SAITO YASUHIRO**Applicant:** NIPPON SHEET GLASS CO LTD**Classification:****- international:** **C03C15/00; C03C23/00; G11B5/73; G11B5/84; C03C15/00; C03C23/00; G11B5/62; G11B5/84;** (IPC1-7): C03C15/00; C03C23/00; G11B5/73; G11B5/84**- European:****Application number:** JP20000130242 20000428**Priority number(s):** JP20000130242 20000428**Report a data error here****Abstract of JP2001316133**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for manufacturing a smooth glass substrate for an information recorder with higher recording density, less record error and less head crash, and to provide an information recoder, an information display and an information communication apparatus using the substrate. **SOLUTION:** The substrate is subjected to scrubbing cleaning by a suspension and etched.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-316133
(P2001-316133A)

(43) 公開日 平成13年11月13日 (2001. 11. 13)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード* (参考)
C 0 3 C 15/00		C 0 3 C 15/00	B 4 G 0 5 9
23/00		23/00	A 5 D 0 0 6
G 1 1 B 5/73		G 1 1 B 5/73	5 D 1 1 2
5/84		5/84	A

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2000-130242(P2000-130242)

(22) 出願日 平成12年4月28日 (2000. 4. 28)

(71) 出願人 000004008

日本板硝子株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目7番28号

(72) 発明者 三谷 一石

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号

日本板硝子株式会社内

(72) 発明者 斉藤 靖弘

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号

日本板硝子株式会社内

(74) 代理人 100069084

弁理士 大野 精市

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ガラス基板の製造方法およびガラス基板、ならびにそのガラス基板を用いた情報記録装置

(57) 【要約】

【課題】 情報記録装置において、情報記録密度の向上と、記録エラーやヘッドクラッシュの発生防止に寄与する情報記録媒体用ガラス基板およびその製造方法を提供する。また、表面平滑性の高いガラス基板を各種用途に用いることにより、さらに高性能な情報記録、情報表示もしくは情報通信装置を提供する。

【解決手段】 ガラス基板に対し、懸濁液を用いたスクラブ洗浄とエッチング処理を行う。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 懸濁液を用いるスクラブ洗浄とエッチング処理を組み合わせたガラス基板の製造方法。

【請求項 2】 上記エッチング処理を行い、つづいて懸濁液を用いるスクラブ洗浄を行う請求項 1 に記載のガラス基板の製造方法。

【請求項 3】 上記懸濁液を用いるスクラブ洗浄の後に、さらにエッチング処理を行う請求項 2 に記載のガラス基板の製造方法。

【請求項 4】 上記エッチング処理が酸溶液およびアルカリ溶液を用いるものである請求項 1～3 のいずれか 1 項に記載のガラス基板の製造方法。

【請求項 5】 上記スクラブ洗浄が、二酸化ケイ素 (SiO_2) またはマンガン酸化物を主成分とする粒子の懸濁液を用いるものである請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載のガラス基板の製造方法。

【請求項 6】 エッチング処理の後に、懸濁液を使用せずに研磨パッドを用いるスクラブ洗浄を行うガラス基板の製造方法。

【請求項 7】 上記スクラブ洗浄がアルカリ溶液を用いるものである請求項 6 に記載のガラス基板の製造方法。

【請求項 8】 0.01mm^2 当たりの平均表面粗さ R_a が 2.0nm 以下であり、かつ、 10nm 以上の突起が存在しないガラス基板。

【請求項 9】 0.01mm^2 当たりの高さ $2\sim 10\text{nm}$ の突起個数が $5\times 10^2\sim 5\times 10^7$ 個である請求項 8 に記載のガラス基板。

【請求項 10】 請求項 8 または 9 に記載のガラス基板を用いた情報記録装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 この発明は、ハードディスクに代表される情報記録装置や液晶表示パネルなどに使用されるガラス基板およびその製造方法に関する。さらには、そのガラス基板を使用した情報記録装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 ガラスは、多成分系非結晶性組成物であり、可視光透過性、均質性および表面平滑性が高いなどの特性を備える。これらの特性を利用して、ガラス製品は各種用途に利用されており、とくに最近では情報記録、情報表示または情報通信関連分野でよく用いられている。情報記録装置において、ガラスは情報記録媒体用基板として利用されており、このガラス基板上に光学特性もしくは磁性の薄膜が形成されて情報記録媒体が構成される。情報記録媒体用基板にとって表面平滑性は極めて重要な特性であり、たとえばハードディスクの基板表面の凹凸が大きければ、磁気ヘッドが基板に衝突し記録エラーやヘッドクラッシュなどの問題が生じる。また、その他の情報記録装置においても、表面平滑性は記録密度の向上と不可分の関係にある。したがって、情報記録

媒体用ガラス基板は、その高い表面平滑性により、情報記録装置の記録エラーやヘッドクラッシュを防止し、また記録密度を向上させる。一方、情報表示装置において、ガラス基板はたとえば液晶表示基板として利用され、高い可視光透過率により偏光や乱反射を防ぎ、また高い表面平滑性により緻密な画素配置を可能にする。

【0003】 ハードディスクにおいて、ガラス基板と磁気ヘッドとの衝突は、ガラス基板の表面に存在する突出した凸部（以下、「アスペリティ」と称す）の存在が原因で起こる。よって、アスペリティを小さくするまたは無くすことにより、上記記録エラーやヘッドクラッシュの問題は解決すると考えられる。そのため、情報記録媒体用ガラス基板に関する技術開発の中心命題は、その表面平滑性を高めることにあった。

【0004】 ハードディスクにおいては、基板の表面平滑性が高いほど、回転駆動中の基板と磁気ヘッドの間隙（フライングハイト）を小さくでき、記録密度を高めることができる。しかし、基板の表面平滑性が高くなり過ぎると、磁気ヘッドと基板の粘着の問題が新たに生じる。ここで、粘着とは、磁気ヘッドが基板表面に貼り付いたようになり、著しい抵抗力を受け破損することをいう。この粘着が生じると、ヘッドクラッシュの危険性が極めて高くなる。

【0005】 そこで、ハードディスクには様々な工夫が施されており、その一つとしてコンタクト・スタート・ストップ（CSS）方式が挙げられる。CSS 方式とは、基板上に比較的大きな突起を備える部分（CSS ゾーン）を設けて、基板の回転駆動および減速停止時に磁気ヘッドを CSS ゾーン上で滑走させる方式である。CSS 方式では、基板表面上に情報記録保持を行う部分（データゾーン）と CSS ゾーンを個別に設け、データゾーンでは表面平滑性を高め、一方 CSS ゾーンには意図的に多数の均一な突起を設ける。これにより、情報記録密度の向上と、ヘッドクラッシュの危険性の回避が両立される。しかし、CSS ゾーンの成形は、一旦基板の表面平滑性を高めて、その後に別途突起を設ける必要があり、生産性の面で不利益が大きかった。この CSS ゾーンの成形には、突起を予め設けた膜を貼り付けるテープバーニッシュ方式や、ガラス基板の表面にレーザを照射する方式などがある。

【0006】 また、近年ハードディスクの記録密度の向上は著しく、今後フライングハイトの狭小化の要求がさらに高まるのは必至である。これはすなわち、基板の表面平滑性をさらに高めることを意味する。しかし、フライングハイトが小さくなり過ぎると、磁気ヘッドは基板上を微妙に揺らぎながら滑空しているため、不意に基板と接触（ステッキング）する頻度が高くなる。そして、基板の表面平滑性が高くなることと相まって、上記粘着の問題に類似してステッキング時の抵抗力（摩擦力）が増大し、その結果記録エラーやヘッドクラッシュが起こ

り易くなる。つまり、基板表面にアスペリティが存在しない場合でも、フライングハイトがさらに小さくなると、記録エラーやヘッドクラッシュが起こる。従来はアスペリティがなければ、基板回転時の記録エラーやヘッドクラッシュは生じないと一義的に考えられてきたが、表面平滑性が高くなり過ぎると、これらの問題が生じるのである。

【0007】そこで、ステッキング時に磁気ヘッドに過大な抵抗が掛からないようにする必要があり、その手段として基板表面を適度に荒らすことが考えられる。すなわち、アスペリティより小さい突起すなわち「微小突起」を基板表面に均一かつ緻密に形成させ、磁気ヘッドと基板の接触面積を小さくし、ステッキング時の抵抗を軽減する。この微小突起は、磁気ヘッドと多くの点で接触できるように均一な高さで、ステッキングの衝撃に破壊されない堅牢さが必要である。

【0008】この微小突起を成形する方法として、多成分系ガラス基板を酸溶液やアルカリ溶液などの薬液を用いてエッチング処理する方法が存在する。この方法は、多成分系のガラスが酸に弱い成分またはアルカリに弱い成分を複合的に含有することに鑑み開発されたものである。すなわち、多成分系のガラス基板を酸溶液に浸漬すると酸に弱い成分が選択的に溶出し、その表面が均一に腐食（エッチング）される。一方、アルカリ溶液に浸漬すると、アルカリに弱い成分が選択的に溶出し、前記同様にエッチングされる。エッチングは、機械的処理ではないため、理論的には基板表面を均一かつ原子単位レベルで加工処理できる。一方、上記テープバーニッシュ方式やレーザ照射方式などの機械的、物理的処理では、形成される突起の大きさ、高さおよび周期性において、目的とする精度が得られない。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】ところが、従来の技術には、以下のような問題があった。上述のようにエッチング処理では、理論的には多成分系のガラス基板の表面が均一にエッチングされ、アスペリティは形成されないはずである。しかし、現実には、エッチング処理を行った後でもガラス基板の表面にアスペリティが存在する場合がある。この現象について鋭意研究した結果、本発明者らは、以下の機構によりアスペリティが残存または発生すると推測するに至った。すなわち、一般に固溶体の表面層では、その組成が必ずしも均一ではなく、酸に弱い成分、アルカリに弱い成分が偏在する。また、研磨時に研磨材が基板表面に付着または埋まり込むなどし、基板表面上に蓋をしたような部分が存在する。そのため、ガラス基板の表面にはエッチング溶液によく溶ける部分とそうでない部分とが存在し、結果として不均一なエッチングになり、アスペリティが発生する。

【0010】この発明は、上述の課題に着目してなされたものである。その目的とするところは、情報記録装置

において、情報記録密度の向上と、記録エラーやヘッドクラッシュの発生防止に寄与する情報記録媒体用ガラス基板およびその製造方法を提供することにある。また、この表面平滑性の高いガラス基板を各種用途に用いることにより、さらに高性能な情報記録、情報表示もしくは情報通信装置を提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、請求項1に記載の発明のガラス基板の製造方法は、懸濁液を用いるスクラブ洗浄とエッチング処理を組み合わせたものである。

【0012】請求項2に記載の発明のガラス基板の製造方法は、請求項1に記載の発明において、エッチング処理を行い、つづいて懸濁液を用いるスクラブ洗浄を行うものである。

【0013】請求項3に記載の発明のガラス基板の製造方法は、請求項2に記載の発明において、懸濁液を用いるスクラブ洗浄の後に、さらにエッチング処理を行うものである。

【0014】請求項4に記載の発明のガラス基板の製造方法は、請求項1～3のいずれか1項に記載の発明において、エッチング処理が酸溶液およびアルカリ溶液を用いるものである。

【0015】請求項5に記載の発明のガラス基板の製造方法は、請求項1～4のいずれか1項に記載の発明において、スクラブ洗浄が、二酸化ケイ素(SiO_2)またはマンガニ化合物を主成分とする粒子の懸濁液を用いるものである。

【0016】請求項6に記載の発明のガラス基板の製造方法は、エッチング処理の後に懸濁液を使用せずに研磨パッドを用いるスクラブ洗浄を行うものである。

【0017】請求項7に記載の発明のガラス基板の製造方法は、請求項6に記載の発明において、スクラブ洗浄でアルカリ溶液を使用するものである。

【0018】請求項8に記載の発明のガラス基板は、 0.01mm^2 当たりの平均表面粗さ R_a が 2.0nm 以下であり、かつ、 10nm 以上の突起が存在しないものである。

【0019】請求項9に記載の発明のガラス基板は、請求項8に記載の発明において、 0.01mm^2 当たりの高さ $2\sim 10\text{nm}$ の微小突起個数が $5\times 10^2\sim 5\times 10^7$ 個のものである。

【0020】請求項10に記載の発明の情報記録装置は、請求項8または9に記載のガラス基板を用いたものである。

【0021】

【発明の実施の形態】以下、この発明の実施形態について詳細に説明する。なお、この実施の形態に限定するものではない。

【0022】この発明は、懸濁液を用いるスクラブ洗浄

とエッチング処理とを組み合わせるガラス基板表面を加工処理するものである。懸濁液を用いるスクラブ洗浄とは、研磨工程の最終処理である仕上げ研磨（ファイナルポリッシュ）の後に行われるものであり、基板表面の研磨ではなく、そこに付着した異物や傷の除去または後述のエッチング処理により形成されたアスペリティの除去を目的とするものである。このスクラブ洗浄とエッチング処理の前後は、とくに限定されるものではないが、エッチング処理の前後でスクラブ洗浄の目的や機能が異なる。すなわち、エッチング処理の前にスクラブ洗浄が行われる場合、スクラブ洗浄は、基板表面に付着する異物や傷を除去し、エッチング処理によるアスペリティの形成を防止することを目的とする。一方、エッチング処理の後にスクラブ洗浄が行われる場合は、基板表面に形成されたアスペリティの除去を目的とする。

【0023】現在ガラス基板の製造においては、取り扱い傷などを除去して表面平滑性を高めるために、酸化セリウムなどの研磨剤を用いた基板の表面研磨が必須である。この表面研磨では、研磨剤が相当圧力で基板表面に押し付けられるため、研磨剤が基板表面に埋まり込み、また引っ掻き傷などを残すことがある。さらに、酸化セリウムなどの研磨剤は、ガラスと反応性が高い（親和力がある）ことから、研磨終了後にも基板表面に付着し続けることがある。これらの残存研磨剤や引っ掻き傷は、基板の表面平滑性を低下させるものである。また、研磨剤が残存する状態で基板をエッチング処理すると、研磨剤の付着した部分が蓋をされたようになってエッチングされず、アスペリティとして残存する／形成されることになる。そこで、エッチング処理の前に懸濁液を用いたスクラブ洗浄を行うことにより、基板表面に残存する研磨剤や引っ掻き傷などを除去し、ガラス基板表面を均一にエッチングできるようにする。

【0024】エッチング処理前の懸濁液を用いるスクラブ洗浄では、基板の表面をパッドで擦り、基板表面に付着した異物や傷を除去する。懸濁液は、異物の除去能力を高め、基板とパッドの接触を潤滑にし、異物を排斥し易くするために使用される。懸濁液の種類は、とくに限定されるものではないが、二酸化ケイ素(SiO_2)またはマンガン酸化物を主成分とする粒子の懸濁液が好ましい。二酸化ケイ素を主成分とする粒子は、ガラス基板に付着し難く除去性に優れており、一方マンガン酸化物を主成分とする粒子は、弱酸性下の過酸化水素水などで容易に酸化溶解するので除去性に優れている。二酸化ケイ素を主成分とする粒子としては、市販のヒュームドシリカやコロイダルシリカなどが挙げられる。これら粒子の一次および二次粒子径は、とくに限定されないが、粒子製造条件の制約などから、一次粒子径が $3\text{nm} \sim 1\mu\text{m}$ 、二次粒子径が $5\text{nm} \sim 100\mu\text{m}$ が好ましい。また、一次および二次粒子の形状は、球状や断面多角形などとくに限定されるものではなく、さらにこのような粒子が鎖状に連

結したものでもよい。

【0025】懸濁液の濃度は、 $0.001 \sim 40$ 重量%である必要があり、 $0.001 \sim 5$ 重量%が好ましく、さらには $0.001 \sim 1$ 重量%が好適である。この濃度が 0.001 重量%より低い場合、懸濁液は事実上ほとんど水と変わらなくなり、異物を除去する能力がほとんど向上しない。したがって、下記実施例における比較例2および3の懸濁液は、その濃度が 0.001 重量%未満であるので、この発明にいう懸濁液ではない。一方、 40 重量%より高くなると、懸濁液の粘度が高くなり過ぎ、基板とパッドの間に浸透し難くなり、供給安定性の点で問題となる。また、アスペリティのみを除去するためには、 1 重量%以下の濃度で用いることが好ましい。懸濁液の濃度が高いほど、微小突起も研削されるからである。また、懸濁液の温度は、 $10 \sim 60^\circ\text{C}$ が好ましい。 60°C より高い場合は、溶媒の蒸発速度が速くなるため、濃度変化による上記の問題が発生し易くなる。一方、懸濁液が凍ると、性質が変化するので、凍らない程度の温度で使用する必要がある。

【0026】パッドには、発泡タイプ、不織布タイプ、スエードタイプまたは積層タイプなどがあり、その材質や構造などはとくに限定されるものではない。パッドが柔らか過ぎる場合は、基板との接触が不均一になり易く、一方硬過ぎると、懸濁液の粒子が基板に付着する、硬い粒子が入り込んだ際に引っ掻き傷が発生するなどの問題が別途生じる。そのため、パッドは押し込み硬度（アスカー硬度C）が $60^\circ \sim 95^\circ$ のものが好ましい。

【0027】パッドがガラス基板表面をスクラブする方法は、とくに限定されるものではなく、たとえば円筒状パッドをその円周面が基板と接するように回転させながら回転軸と平行にスライドさせる方法や、平面パッドを回転させつつ、基板とパッド平面とを均一に接触させる方法などが挙げられる。基板への懸濁液の塗布方法もとくに限定されるものではないが、回転する平面パッドの中心から供給することが好ましい。懸濁液が遠心力により平面パッドの中心から外に向かって自動的に流れ、平面パッドの全面に渡り絶えず新しい懸濁液が供給されるので、上記の異物除去能力が高まるからである。さらに、基板と平面パッドのコンタミネーションの蓄積もセルフクリーニング作用によって低減され、基板の表面洗浄度が高まる。

【0028】懸濁液を用いるスクラブ洗浄におけるパッドの押付圧は、 $9.8 \times 10^2 \sim 1.96 \times 10^6 \text{Pa}$ ($10 \sim 2,000 \text{gf/cm}^2$) が好ましく、とくに $9.8 \times 10^2 \sim 1.96 \times 10^5 \text{Pa}$ ($10 \sim 200 \text{gf/cm}^2$) が好適である。この押付圧が $9.8 \times 10^2 \text{Pa}$ より小さい場合は、基板を安定回転させることが難しく、一方 $1.96 \times 10^6 \text{Pa}$ より大きいと、パッドの摩耗が激しくなる。なお、アスペリティの除去を目的とする場合は、その押

付圧は 1.96×10^5 Pa以下にすることが好ましい。
 1.96×10^5 Paより高くすると、微小突起まで削ることになるからである。

【0029】基板を乗せる定盤の回転数は、50～1,000 r.p.m.が好ましい。この回転数が50 r.p.m.より低い場合は、ガラス基板を安定回転させることが難しく、一方1,000 r.p.m.より高いと、定盤の回転軸にブレが生じるなど装置の安定性の点で不都合が生じる。

【0030】さらに、懸濁液を用いるスクラブ洗浄の処理時間は、2秒～10分が好ましく、とくに2～200秒が好適である。2秒より短い場合は、スクラブ装置が安定作動し難い、一方10分より長いと、生産性の点で不適である。また、アスペリティのみを除去するためには、200秒以下とすることが好ましい。スクラブ時間が長いと、微小突起もある程度削られるからである。

【0031】エッチング処理では、ガラス基板の組成すなわち多成分系であることを利用して、ガラス基板の表面に均一かつ緻密な微小突起を成形する。すなわち、多成分系のガラス基板は含有する各成分毎にエッチング溶液に対する溶出速度が異なり、基板の組成とエッチング溶液とを適宜組み合わせることにより、基板表面から特定成分を選択的に溶出させることができる。そしてその結果、基板表面が緻密かつ均一に荒らされることになる。エッチング溶液は、酸溶液またはアルカリ溶液のいずれか一方、あるいはこれらを交互に用いてもよい。

【0032】たとえば、ガラス基板を酸溶液につづいてアルカリ溶液に浸漬する場合は、つぎの機構により、微小突起が形成される。まず、酸溶液中において、基板表面から酸に弱い成分が選択的に溶出してその表面が微妙に荒れ、酸に強い成分からなる多孔質層がそこに残る。つづいて、このガラス基板をアルカリ溶液に浸漬すると、多孔質層の中のアルカリに弱い成分が溶出し、多孔質層がさらに荒らされ、より緻密な微小突起が形成される。すなわち、基板を酸溶液およびアルカリ溶液に順次浸漬することにより、各溶液において溶出速度の速い成分が基板表面から選択的に溶出し、最終的に酸溶液とアルカリ溶液のいずれにも溶解し難い成分だけが残る。この結果、酸溶液およびアルカリ溶液に溶出しなかった残骸が微小突起を形成する。ガラス基板をエッチング処理する場合は、酸溶液またはアルカリ溶液のいずれか一方のみを用いても、上記の機構により基板表面を荒らすことができる。しかし、酸溶液およびアルカリ溶液を組み合わせることで使用することにより、溶出させる成分をより意図的に選択できるようになり、さらに微細で緻密な微小突起を成形できる。基板組成中の酸に弱い成分としては、アルカリ金属酸化物、アルカリ土類金属酸化物およびアルミニウム酸化物などがある。一方、アルカリに弱い成分としては、シリカ、チタニアおよびジルコニア酸化物などがある。

【0033】上述のように、エッチング処理後は、ガラ

ス基板の表面が多孔質層となるため、その強度が多少低下する。そこで、エッチング処理の後に懸濁液を用いたスクラブ洗浄を行い、強度の著しく低い微小突起を選択的に除去してもよい。また、エッチング処理の前に懸濁液を用いるスクラブ洗浄を行っていない場合は、エッチング処理によりアスペリティが形成されるため、これを除去する必要がある。このスクラブ洗浄では、健全な基板表面は影響を受けない（削られない）が、多孔質化し脆くなった微小突起やアスペリティは選択的に除去される。つまり、エッチング処理の後に前記スクラブ洗浄を行うことにより、強度の著しく低い微小突起やアスペリティだけが取り除かれ、適度に荒れた基板の表面形状はそのまま維持される。そして、エッチング処理と懸濁液を用いるスクラブ洗浄とを交互に複数回繰り返すことにより、さらに均一で緻密かつ耐久性の高い微小突起を備える基板が形成される。

【0034】ガラス基板の研磨工程で使用可能な研磨剤としては、酸化セリウム、マンガン酸化物、ジルコニア酸化物、アルミニウム酸化物、チタニア、マグネタイト酸化物、二酸化ケイ素またはダイヤモンドなどが挙げられる。これらの中でも、酸化セリウムを含む研磨剤が最も一般的に用いられている。酸化セリウムを含む研磨剤は、短時間で平滑な研磨面を形成することから、基板の製造コストの抑制に有効である。しかし、上述のように酸化セリウムはガラスとの反応性が高いため、これを含む研磨剤を用いる場合は、ガラス基板表面にその粒子が残存し易い。そこで、酸化セリウムを含む研磨剤での研磨後に、二酸化ケイ素を主成分とする粒子を含有する懸濁液を用いてスクラブ洗浄することが好ましい。また、この懸濁液を用いる場合は、スクラブ洗浄後にpH 8以上のアルカリ溶液を用いてさらにスクラブ洗浄することが好ましい。この再度のスクラブ洗浄により、一旦基板から離れた研磨剤と基板との間に静電反発力などの反発力が生じ、再付着が防止されるからである。pH 8以上のアルカリ溶液としては、たとえば水酸化カリウム(KOH)水溶液、水酸化ナトリウム(NaOH)水溶液、電気分解で得られるカソード水または水素添加水などが挙げられる。水素添加水としては、純水に水素を添加したものやアルカリ溶液に水素を添加したものなどが挙げられ、水素を添加する場合には還元性を高めるために、溶存空気を除いた脱気水を用いることが好ましい。

【0035】上述のように、エッチング処理の後に懸濁液を用いるスクラブ洗浄を行う場合は、このスクラブ洗浄よりエッチング処理で形成されたアスペリティが除去される。これは、スクラブ洗浄において懸濁液が存在する故に達成される機能であると考えられる。しかし、研磨パッドを用いれば、懸濁液を使用しなくてもアスペリティを除去することができる。ここで、研磨パッドとは硬度の高いパッド（アスカ硬度Cが $60^\circ \sim 95^\circ$ ）であり、たとえばフジミインコーポレーテッド社製「サ

ーフィン」、ロデール・ニッタ社製「IC Suba Supreme」、第一レース社製「シーガル AM」または鐘紡製「RT、N、KE」などが挙げられる。この研磨パッドの使用条件は、上述の懸濁液を用いるスクラブ洗浄と同じでよい。研磨パッドによりアスペリティが効果的に除去される理由は、研磨パッドの表面形状や硬度などが適当で、基板のアスペリティと確実に接触できるためであると考えられる。

【0036】この研磨パッドを用いるスクラブ洗浄では、懸濁液は不要であり、純水であってもアスペリティを除去することができる。しかし、アルカリ溶液とくに水酸化カリウム(KOH)水溶液を使用すれば、アスペリティの除去能力がさらに高くなる。KOHは、ガラスの骨格を構成するSi-O結合を切断してアスペリティを脆くする作用があるからである。また、アルカリ溶液中では静電反発作用が働き、除去されたアスペリティが基板に再付着し難くなる。

【0037】基板の種類はとくに限定されず、現在様々な用途に使用されているソーダ石灰ガラス、ホウケイ酸ガラス、アルミノホウケイ酸ガラス、アルミノシリケートガラスまたは結晶化ガラスなどが利用可能である。とくに情報記録媒体用ガラス基板としては、耐候性およびコストの面から、アルミノシリケートガラスが好適である。また、これらの基板は、化学強化によって基板表面に圧縮応力層が形成されているものでもよい。

【0038】上述の製造方法によるガラス基板は、表面平滑性が極めて高く、原子間力顕微鏡(以下、「AFM」という)による測定において、 0.01nm^2 ($0.1 \times 0.1\text{nm}$) で平均表面粗さRaが $0.4 \sim 2.0\text{nm}$ 程度であり、かつ、 10nm 以上の突起すなわちアスペリティを全く有しない。さらに、この基板は、 0.01nm^2 に $2 \sim 10\text{nm}$ の微小突起を $5 \times 10^2 \sim 5 \times 10^7$ 個有するものである。なお、この基板の表面にエッチング処理により多孔質層が存在しても、懸濁液を用いるスクラブ洗浄または研磨パッドを用いるスクラブ洗浄により著しく劣化した微小突起は除去される。したがって、このガラス基板が情報記録媒体用ガラス基板として利用された場合、ステッキング程度ではヘッドクラッシュは生じない。

【0039】このガラス基板を用いた情報記録装置は、基板の高い表面平滑性により、情報記録密度がさらに向上する。また、基板に形成された多数の微小突起により、磁気ヘッドと基板の粘着が防止され、情報記録の信頼性が向上する。このガラス基板は、情報記録媒体用ガラス基板のほか、より高い表面平滑性を必要とする用途において、ガラス基板として利用される。たとえば、液晶表示基板に用いられれば、画素配置の緻密な情報表示装置が得られる。

【0040】

【実施例】以下、この発明について、実施例によりさら

に具体的に説明する。ただし、以下の実施例に限定されるものではない。

【0041】(実施例1) 以下の方法で、情報記録媒体用ガラス基板を製造した。厚さ 1.0mm のアルミノシリケートガラス(SiO_2 66.0mol%, Al_2O_3 11.0mol%, Li_2O 8.0mol%, Na_2O 9.0mol%, MgO 2.4mol%, CaO 3.6mol%, K_2O 0.2mol%, SrO 2.0mol%) から、外径 65mm 、内径 20mm のドーナツ板を切り出した。このドーナツ板を、定法のラップ、ポリッシュおよびファイナルポリッシュの各研磨工程に通し、厚さ 0.6mm まで表面研磨した。なお、ファイナルポリッシュでは、酸化セリウム(CeO_2)を含有する研磨剤(三井金属鉱業株式会社製 ミレック)とスエードパッドを用いて研磨し、純水のシャワーで洗って、基板表面に弱く付着した研磨剤を除去した。また、この基板は、 50°C の温度下において 0.1 重量%のフッ化水素酸水溶液によるエッチングレートが 113nm/min であった。

【0042】ついで、 50°C に保持した 0.01 重量%フッ化水素酸溶液の浴中に基板を 2.5 分間浸漬し、約 48kHz 、 1W/cm^2 の超音波を 2.5 分間照射した。その後、 40°C に保持した市販のアルカリ溶液(pH11 株式会社ケミカルプロダクツ製 RB25)の浴中に基板を 2.5 分間浸漬し、約 48kHz 、 1W/cm^2 の超音波を 2.5 分間照射した。この基板をアルカリ溶液の浴中から引き上げて、純水浴中に浸しリンスしてアルカリ溶液を除去した。この一連のエッチング処理を、以下「1回目エッチング処理」という。

【0043】つづいて、平面パッド(ウレタン製スエードパッド ロデール・ニッタ製 SUBA800)と固形分濃度 0.001 重量%の懸濁液(コロイダルシリカ 株式会社フジミインコーポレーテッド製 プレナーライト4101)とを用いて、5秒間の懸濁液を用いるスクラブ洗浄を行った。このとき、パッドの回転数を 700r.p.m. 、パッドの押付圧を 980Pa (10gf/cm^2)とし、回転する平面パッドの中心部から毎分 30ml で懸濁液を供給した。その後、上記の平面パッドを回転数 700r.p.m. で、pH11の水酸化カリウム水溶液をパッド中心部から毎分 100ml で供給して、スクラブ洗浄を 30 秒間行った。

【0044】最後に、基板を純水浴中で3回リンスし、イソプロピルアルコールの浴に浸漬して約 48kHz の超音波を2分間照射した後、イソプロピルアルコール蒸気中で1分間乾燥させた。以下、この工程を「最終洗浄」という。

【0045】(実施例2および3) 懸濁液を用いるスクラブ洗浄において、懸濁液の固形分濃度を 0.01 重量%と 0.1 重量%に、処理時間を 10 秒間に変更した以外は、実施例1と同様にして、ガラス基板を製造した。

【0046】(実施例4および5) 懸濁液を用いるスクラブ洗浄において、懸濁液の固形分濃度を 1.0 重量%

と 5.0 重量%に変更した以外は、実施例 1 と同様にして、ガラス基板を製造した。

【0047】（実施例 6）懸濁液を用いるスクラブ洗浄において、懸濁液の固形分濃度を 0.01 重量%に、平面パッドの押付圧を $1.96 \times 10^4 \text{ Pa}$ (200 gf/cm^2) に変更した以外は、実施例 1 と同様にしてガラス基板を製造した。

【0048】（実施例 7）懸濁液を用いるスクラブ洗浄において、平面パッドの押付圧を $4.9 \times 10^4 \text{ Pa}$ (500 gf/cm^2) に変更した以外は、実施例 1 と同様にして 10 ガラス基板を製造した。

【0049】（実施例 8）懸濁液を用いるスクラブ洗浄において、懸濁液の固形分濃度を 0.01 重量%、処理時間を 200 秒間に変更した以外は、実施例 1 と同様にしてガラス基板を製造した。

【0050】（実施例 9）懸濁液を用いるスクラブ洗浄において、処理時間を 300 秒間に変更した以外は、実施例 1 と同様にしてガラス基板を製造した。

【0051】（実施例 10）懸濁液を用いるスクラブ洗浄において、懸濁液の固形分濃度を 0.01 重量%に変更し、最終洗浄の前に 1 回目エッチング処理と同じ条件で再度エッチング処理（2 回目エッチング処理）を行った。それ以外は、実施例 1 と同様にしてガラス基板を製造した。 20

【0052】（実施例 11）実施例 10 の 2 回目エッチング処理の後に、再度同じ条件でエッチング処理（3 回目エッチング処理）を行った。それ以外は、実施例 10 と同様にしてガラス基板を製造した。

【0053】（実施例 12 および 13）3 回目エッチング処理において、フッ化水素酸溶液の濃度を 0.03 重量%および 0.05 重量%に変更した以外は、実施例 11 と同様にしてガラス基板を製造した。

【0054】（比較例 1）懸濁液を用いるスクラブ洗浄を行わない以外は実施例 1 と同様にして、ガラス基板を製造した。

【0055】（比較例 2）懸濁液を用いるスクラブ洗浄において、懸濁液の固形分濃度を 0.0005 重量%とした以外は、実施例 1 と同様にして、ガラス基板を製造した。

【0056】（比較例 3）懸濁液を用いるスクラブ洗浄において、懸濁液の固形分濃度を 0.0005 重量%とした以外は、実施例 11 と同様にして、ガラス基板を製造した。

【0057】〔ガラス基板の評価〕上記実施例 1～13 および比較例 1～3 のガラス基板の表面平滑性を、走査型プローブ顕微鏡：AFM（デジタルインスツルメンツ製 Nanoscope IIIa）を用いて測定した。この測定は、 $20 \times 20 \mu\text{m}$ に観察される平均表面粗さ R_a と、同 $2 \sim 10 \text{ nm}$ の微小突起個数（25 視野分の平均）と、同 10 nm 以上の突起すなわちアスペリティ個数（20 視野分の平均）を計測するものである。なお、アスペリティ個数は、存在確率の問題から、AFM 測定の視野面積が合計で 0.01 mm^2 になるように調整した。

【0058】

【表 1】

ガラス基板作製工程															評価		
ファイナル ポリッシュ 使用研磨剤	1 回目エッチング 処理		懸濁液を用いるスクラブ洗浄				2 回目エッチング 処理		3 回目エッチング 処理		平均 表面粗さ Ra	突起個数／0.01mm ² 高さ 2～10nm	高さ 10nm以上 7.3μm以上				
	酸	アルカリ	使用 懸濁液	濃度 wt%	押付圧 gf/cm ²	処理時間 sec	使用薬液		使用薬液								
							酸	アルカリ	酸	アルカリ							
実施例 1	≒ レーク	0.01%HF	RB25	アルト-ナイト	0.001	10	5	-	-	-	0.81	1.11×10 ⁷	0				
実施例 2	≒ レーク	0.01%HF	RB25	アルト-ナイト	0.01	10	10	-	-	-	0.78	1.03×10 ⁷	0				
実施例 3	≒ レーク	0.01%HF	RB25	アルト-ナイト	0.1	10	10	-	-	-	0.74	1.07×10 ⁷	0				
実施例 4	≒ レーク	0.01%HF	RB25	アルト-ナイト	1.0	10	5	-	-	-	0.72	1.03×10 ⁷	0				
実施例 5	≒ レーク	0.01%HF	RB25	アルト-ナイト	5.0	10	5	-	-	-	0.50	8.20×10 ⁶	0				
実施例 6	≒ レーク	0.01%HF	RB25	アルト-ナイト	0.01	200	5	-	-	-	0.78	1.00×10 ⁶	0				
実施例 7	≒ レーク	0.01%HF	RB25	アルト-ナイト	0.001	500	5	-	-	-	0.65	5.59×10 ⁵	0				
実施例 8	≒ レーク	0.01%HF	RB25	アルト-ナイト	0.01	10	200	-	-	-	0.79	1.08×10 ⁶	0				
実施例 9	≒ レーク	0.01%HF	RB25	アルト-ナイト	0.001	10	300	-	-	-	0.73	7.87×10 ⁵	0				
実施例 10	≒ レーク	0.01%HF	RB25	アルト-ナイト	0.01	10	5	0.01%HF	RB25	-	1.01	1.87×10 ⁷	0				
実施例 11	≒ レーク	0.01%HF	RB25	アルト-ナイト	0.01	10	5	0.01%HF	RB25	0.01%HF	RB25	1.11	2.55×10 ⁷	0			
実施例 12	≒ レーク	0.01%HF	RB25	アルト-ナイト	0.01	10	5	0.01%HF	RB25	0.03%HF	RB25	1.58	3.13×10 ⁷	0			
実施例 13	≒ レーク	0.01%HF	RB25	アルト-ナイト	0.01	10	5	0.01%HF	RB25	0.05%HF	RB25	1.86	4.80×10 ⁷	0			
比較例 1	≒ レーク	0.01%HF	RB25	-	-	-	-	-	-	-	0.85	1.13×10 ⁷	65				
比較例 2	≒ レーク	0.01%HF	RB25	アルト-ナイト	0.0005	10	5	-	-	-	0.82	1.06×10 ⁷	31				
比較例 3	≒ レーク	0.01%HF	RB25	アルト-ナイト	0.0005	10	5	0.01%HF	RB25	0.01%HF	RB25	1.08	1.96×10 ⁷	58			

【0059】（実施例14～16）比較例1～3で製造したガラス基板に対して、研磨パッド（第一レース社製シーガル1900）を用いて懸濁液を使用することなくスクラブ洗浄を行った。このスクラブ洗浄の条件は、pH12の水酸化カリウム水溶液を研磨パッドの中心部から毎分1000mlで供給し、研磨パッドの回転数300r・*40

*p.m、押付圧4.9kPa（50gf/cm²）で10秒間とした。この基板を最終洗浄し、上記同様の方法でガラス基板の評価を行った。その結果を下記「表2」に示す。

【0060】

【表2】

	スクラブ洗浄前			研磨パッドを用いたスクラブ洗浄					評価		
	平均 表面粗さ Ra nm	突起個数／0.01mm ²		アルカリ 水溶液	pH	研磨パッド	押付圧 gf/cm ²	処理時間 sec	平均 表面粗さ Ra nm	突起個数／0.01mm ²	
		高さ 2～10nm	高さ 10nm以上 アスヘリティ							高さ 2～10nm	高さ 10nm以上 アスヘリティ
実施例 14	0.85	1.13×10 ⁷	65	KOH	12	シーガル1900	50	10	0.72	8.52×10 ⁶	0
実施例 15	0.82	1.06×10 ⁷	31	KOH	12	シーガル1900	50	10	0.63	7.03×10 ⁶	0
実施例 16	1.08	1.96×10 ⁷	56	KOH	12	シーガル1900	50	10	0.84	1.31×10 ⁷	0

【0061】実施例1～13と比較例1とを対比することにより、エッチング処理とスクラブ洗浄を組み合わせると、Raが1nm程度に抑られ、かつ、アスペリティが

確実に除去されることが判る。

【0062】実施例1と比較例2とを、ならびに実施例11と比較例3とを対比することにより、スクラブ洗浄

における懸濁液の固形分濃度が0.001重量%未満であると、通常のパッドではアスペリティを除去できないことが判る。

【0063】実施例1と実施例5とを対比することにより、スクラブ洗浄における懸濁液の固形分濃度を高めると、突起個数が減るすなわちアスペリティ以外の微小突起まで研削されることが判る。

【0064】実施例1と実施例7とを対比することにより、パッドの押付圧を高くすると、他の条件（濃度、処理時間）をマイルドにしても突起個数が減少することが判る。

【0065】実施例1と実施例9とを対比することにより、スクラブ洗浄における処理時間を長くすると、他の条件（濃度や押付圧）をマイルドにしても突起個数が減少することが判る。

【0066】実施例1、実施例10および実施例11を対比することにより、エッチング処理回数が増え、微小突起の数が増加することが判る。

【0067】実施例11～13をそれぞれ対比することにより、エッチング処理における酸溶液の濃度が増加すると、微小突起の数が増加することが判る。

【0068】実施例14～16と比較例1～3とを対比することにより、研磨パッドを使用すれば、懸濁液を使用しなくてもアスペリティを除去できることが判る。

【0069】

【発明の効果】この発明は、以上のように構成されていることから、つぎのような効果を奏する。請求項1に記載の発明によれば、懸濁液を用いるスクラブ洗浄とエッチング処理を行うので、基板表面においてアスペリティは完全に除去され、かつ、多数の微小突起が形成される。

【0070】請求項2に記載の発明によれば、請求項1の発明の効果に加えて、エッチング処理を行い、つづいて懸濁液を用いるスクラブ洗浄を行うので、エッチング処理により形成されたアスペリティが確実に除去される。

【0071】請求項3に記載の発明によれば、請求項2*

*の発明の効果に加えて、懸濁液を用いるスクラブ洗浄の後に、さらにエッチング処理を行うので、アスペリティを形成することなく、微小突起を増やすことができる。

【0072】請求項4に記載の発明によれば、請求項1～3の発明の効果に加えて、エッチング処理で酸溶液およびアルカリ溶液を用いるので、微小突起をさらに緻密に成形することができる。

【0073】請求項5に記載の発明によれば、請求項1～4の発明の効果に加えて、スクラブ洗浄において二酸化ケイ素(SiO₂)またはマンガン酸化物を主成分とする粒子の懸濁液を用いるので、基板表面にこれらの粒子が残存し難く、エッチング処理によるアスペリティの形成を抑制することができる。

【0074】請求項6に記載の発明によれば、エッチング処理を行った後に研磨パッドを用いるスクラブ洗浄を行うので、懸濁液を使用することなくエッチング処理により形成されたアスペリティを確実に除去することができる。

【0075】請求項7に記載の発明によれば、請求項6の発明の効果に加えて、スクラブ洗浄でアルカリ溶液を用いるので、アスペリティが脆くなってその除去が容易になり、かつ、除去されたアスペリティが基板に再付着することを防止できる。

【0076】請求項8に記載の発明によれば、0.01mm²当たりの平均面粗さRaが2.0nm以下であり、かつ、10nm以上の突起が存在しないので、たとえば情報記録媒体用ガラス基板として利用すれば、情報記録装置の情報記録密度を向上させることができる。

【0077】請求項9に記載の発明によれば、請求項8の発明の効果に加えて、0.01mm²当たりの高さ2～10nmの微小突起個数が5×10²～5×10⁷個であるので、たとえば情報記録媒体用ガラス基板として利用すれば、磁気ヘッドと基板の粘着に起因するヘッドクラッシュの発生を抑制することができる。

【0078】請求項10に記載の発明によれば、記録密度が高く、かつ、信頼性の高い情報記録装置が得られる。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4G059 AA07 AA09 AB09 AB11 AC03

BB04 BB11 BB12

5D006 CB04 CB07 DA03 FA00

5D112 AA02 AA24 BA03 GA08 GA09

GA27 GA30